

17.12.03

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

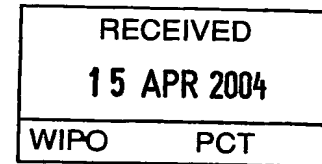
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2002年12月18日

出 願 番 号
Application Number: 特願2002-367062

[ST. 10/C]: [JP2002-367062]

出 願 人
Applicant(s): 独立行政法人物質・材料研究機構

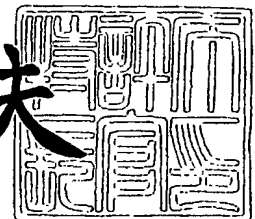


PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 4月 1日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 02-MS-177

【提出日】 平成14年12月18日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C22C 38/12

【発明の名称】 Nb C 添加 Fe - Mn - Si 系形状記憶合金の加工熱処理方法

【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材料研究機構

【氏名】 菊池 武丕児

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材料研究機構

【氏名】 梶原 節夫

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材料研究機構

【氏名】 バルホ・アルベルト

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材料研究機構

【氏名】 小川 一行

【発明者】

【住所又は居所】 茨城県つくば市千現一丁目2番1号
独立行政法人物質・材料研究機構

【氏名】 新谷 紀雄

【特許出願人】

【識別番号】 301023238

【氏名又は名称】 独立行政法人物質・材料研究機構

【代表者】 岸 輝雄

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 Nb、Cを添加してなるFe-Mn-Si系形状記憶合金を室温で5～40%加工し、次いで加熱時効処理してNbC炭化物を析出させることを特徴とする、NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

【請求項2】 Fe-Mn-Si系形状記憶合金が、合金成分として、Mn：15～40重量%、Si：3～15重量%、Nb：0.1～1.5重量%、C：0.01～0.2重量%を含み、残部Fe及び不可避的不純物より成り、NbとCの原子比Nb/Cが1以上であることを特徴とする、請求項1記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

【請求項3】 NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金が、合金成分として、Mn：15～40重量%、Si：3～15重量%、Cr：1～20重量%、Nb：0.1～1.5重量%、C：0.01～0.2重量%を含み、残部Fe及び不可避的不純物より成り、NbとCの原子比Nb/Cが1以上であることを特徴とする、請求項1記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

【請求項4】 NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金が、合金成分として、Mn：15～40重量%、Si：3～15重量%、Cr：1～20重量%、Ni：0.1～20重量%、Nb：0.1～1.5重量%、C：0.01～0.2重量%を含み、残部Fe及び不可避的不純物より成り、NbとCの原子比Nb/Cが1以上であることを特徴とする、請求項1記載のNb、C添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

【請求項5】 NbとCの原子比が、好ましくは1.0～1.2の範囲に設定されてなることを特徴とする、請求項2乃至4の何れか1項に記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

【請求項6】 NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金が、不純物として、Cu：3重量%以下、Mo：2重量%以下、Al：10重量%以下、Co：

30重量%以下、N：5000ppm以下含んでなる請求項2乃至5記載の何れか1項に記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

【請求項7】 時効加熱処理条件が400～1000℃の温度範囲で、1分～2時間加熱するものであることを特徴とする請求項1乃至6記載の何れか1項に記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法に関するものである。さらに詳しくは、この発明は、いわゆるトレーニングなしでも上記合金の形状記憶特性を発現し、その性能の向上を図ることが出来る、NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術とその問題点】

Fe-Mn-Si系形状記憶合金が提案、発明されて以来久しいが、その利用状況は、未だ十分に活用されているとは言えず、実用化段階に至っていない状況にあった。その最大の原因は、この合金はトレーニングといわれる特殊な加工熱処理をしなければ、十分な形状記憶効果を示さないことにあるものであった。ここにトレーニングとは、室温で2～3%の変形を施した後、逆変態点以上の600℃近傍で加熱するという処理を数回以上繰り返す形状記憶加工操作を指すものである。上記実情に鑑み、近年、本発明者らのグループにおいて鋭意研究した結果、Fe-Mn-Si系形状記憶合金にNbとC元素を少量添加し適当な時効熱処理により、微細なNbC炭化物を析出させることによって頻雑なトレーニング加工操作なしでも十分良好な形状記憶効果を示すことを見出し、特許出願をした（特許文献1参照）。また、このNbC添加合金について、その加工熱処理手段を本発明者らグループがさらに鋭意研究を進めた結果、このNb、C添加のFe-Mn-Si系形状記憶合金は、これを500～800℃の温度範囲で加工した後時効すると更に優れた形状記憶特性が得られることを発見し、これについても特許出願をした（特許文献2、特許文献3参照）。

【0003】

【特許文献1】

特開 2001-226747号公報

【特許文献2】

特願 2001-296901号

【特許文献3】

特願 2002-79295号

【0004】

以上の提案によって、形状記憶合金技術は飛躍的に進歩し、今後の実用化に大きく寄与し、以て産業の発展に大いに寄与するものと確信するが、これらの提案自体についてもそこになお改善すべき余地が依然として残っているものであった。すなわち、後者二つの先行特許出願（特許文献2、特許文献3）についても、これらの提案による発明は、その前提とするいわゆるトレーニングによる従前の技術に比して、合金の形状記憶性能自体の向上と共にその加工操作が極めて簡易となり、その意義は極めて大きい。また、それにより形状記憶性能も飛躍的に高くなり、実用性への度合いが飛躍的に向上したことが認められ、その作用効果は極めて顕著である、とすることができるものの、そのための加工操作は、500～800℃という高温での加熱処理を要する点において依然として問題が残っており、そこに使い難さがあったことは否めないものであった。

本発明者らにおいては、これを極力低い温度での加工でも形状記憶特性を発現することができないものか、鋭意研究を重ねた結果、室温での加工でも形状記憶特性が顕著であり、充分に前示目的を達成することが出来るとことを見いだしたものである。

【0005】

【発明の解決手段】

すなわち、Nb、Cを添加してなるFe-Mn-Si系形状記憶合金を室温で加工し、次いで加熱時効処理してNbC炭化物を析出させるという基本的な操作を適用するだけで、その合金の形状記憶特性を発現できるという思いもよらない作用効果が奏せられることを見いだし、前示目的を達成するに成功したもので

ある。

本発明は、これらの知見、成功に基づいてなされたものであり、その解決手段は以下(1)～(7)に示すとりの構成を講じてなるものである。

(1) Nb、Cを添加してなるFe-Mn-Si系形状記憶合金を室温で5～40%加工し、次いで時効加熱処理してNbC炭化物を析出させることを特徴とする、NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

(2) Fe-Mn-Si系形状記憶合金が、合金成分として、Mn:15～40重量%、Si:3～15重量%、Nb:0.1～1.5重量%、C:0.01～0.2重量%を含み、残部Fe及び不可避免の不純物より成り、NbとCの原子比Nb/Cが1以上であることを特徴とする、前記(1)項に記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

(3) NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金が、合金成分として、Mn:15～40重量%、Si:3～15重量%、Cr:1～20重量%、Nb:0.1～1.5重量%、C:0.01～0.2重量%を含み、残部Fe及び不可避免の不純物より成り、NbとCの原子比Nb/Cが1以上であることを特徴とする、前記(1)項に記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

(4) NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金が、合金成分として、Mn:15～40重量%、Si:3～15重量%、Cr:1～20重量%、Ni:0.1～20重量%、Nb:0.1～1.5重量%、C:0.01～0.2重量%を含み、残部Fe及び不可避免の不純物より成り、NbとCの原子比Nb/Cが1以上であることを特徴とする、前記(1)項に記載のNb、C添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

(5) NbとCの原子比が、好ましくは1.0～1.2の範囲に設定されることを特徴とする、前記(2)乃至(4)の何れか1項に記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

(6) NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金が、不純物として、Cu:3重量%以下、Mo:2重量%以下、Al:10重量%以下、Co:30重量%以下、N:5000ppm以下含んでいる(2)乃至(5)の何れか1項に記

載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

(7) 時効加熱処理条件が400～1000℃の温度範囲で且つ1分～2時間加熱するものであることを特徴とする前記(1)乃至(6)の何れか1項に記載のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法。

【0006】

ここに、室温での加工率を5～40%と規定した理由は、5%未満では形状記憶特性の改善に有効に寄与せず、40%を越えると、試料が硬くなりすぎ、時効処理後の変形が著しく困難になるからである。

【0007】

また、本発明のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法が対象とする合金成分は、先の出願においても示したように、Mn:15～40重量%、Si:3～15重量%、Nb:0.1～1.5重量%、C:0.01～0.2重量%、そして残部がFe及び不可避免の不純物であり、NbとCの原子比Nb/Cが1以上である合金である。

【0008】

また、NbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の合金成分は、Mn:15～40重量%、Si:3～15重量%、Cr:1～20重量%、Nb:0.1～1.5重量%、C:0.01～0.2重量%を含み、残部Fe及び不可避免の不純物より成り、NbとCの原子比Nb/Cが1以上である合金、さらにまた、Mn:15～40重量%、Si:3～15重量%、Cr:1～20重量%、Ni:0.1～20重量%、Nb:0.1～1.5重量%、C:0.01～0.2重量%を含み、残部Fe及び不可避免の不純物より成り、NbとCの原子比Nb/Cが1以上である合金も本発明で対象とする合金である。

【0009】

以上のNbC添加したいずれのFe-Mn-Si系形状記憶合金においても、合金中におけるNbとCの原子比Nb/Cは、1.0～1.2であることが好ましい。

【0010】

さらに、本発明のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方

法において対象とする合金成分には、不純物として、3重量%以下のCu、2重量%以下のMo、10重量%以下のAl、30重量%以下のCo、又は5000ppm以下のNの少なくとも1種もしくはそれ以上を含むことが許容される。

【0011】

【発明の実施態様】

以下、本発明を図1、図2に基づいて以下、具体的に説明する。但し、これらに示した事例は、あくまでも本発明を容易に理解するための一助として開示するためのものであって、本発明をこれによって限定する趣旨ではない。

【0012】

実施例；

まず、本発明のNbCが添加されてなるFe-28Mn-6Si-5Cr-0.53Nb-0.06C合金（数値は、重量%）を溶製準備し、その得られた形状記憶合金の形状記憶特性が、室温で圧延加工後、400～1000℃の温度範囲で1分～2時間の加熱による時効処理を行うことによって形状記憶性がいかに改善されるかを以下に示すものである。

すなわち、図1は、時効のみを施した場合（圧延率0%）と室温で10%、20%、30%圧延した場合の形状回復率違いを示したグラフである。時効処理は、いずれも800℃で10分間行った。比較のためにNbCを添加していないFe-28Mn-6Si-5Cr合金について、焼鈍したままの試料と5回トレーニングした試料の結果も示してある。横軸は室温における引っ張り変形による変形量（%）であり、縦軸の形状回復率（%）は試料を600℃に加熱した場合の伸びの回復率である。400℃まで加熱した場合もこれとほぼ同一の形状回復率が得られる。この実験において用いた試料片は、厚さ0.6mm、幅1～4mm、長さ（ゲージ長）15mmに調製した試験片を用いて試験を行った。

【0013】

この図からわかるように、10%の圧延した試料はその形状記憶回復率は、5回トレーニングしたNbC無添加の合金と比べると、同程度かやや劣っている程度のもとなっている。実用的に必要な変形量は約4%であるが、この変形量においても約90%の形状記憶回復率を示していることは、実用合金として使用可

能なことを強く示唆している。これと同じ形状回復率をNbC無添加の通常のFe-Mn-Si基形状記憶合金で得るために少なくとも5回のトレーニングが必要であることを考えるとその作用効果は優れていると言える。

圧延率が高くなり、20%となると無加工（時効のみ）の場合と形状回復率は殆ど同じか少し良くなる程度である。さらに圧延率が30%になると時効のみの場合よりも、初期歪みの大きいところでは逆に形状回復率が悪くなることを示している。

【0014】

これに対して、実用上重要な形状記憶特性の一つである形状回復力は、図2に示す通り室温で20%圧延、30%圧延後、時効処理をした試料の方がいちじるしく向上している。図2はその形状回復力向上の程度を時効のみの場合（圧延率0%）及び室温で10%圧延後時効処理をした場合と比較して示しているものである。横軸の回復歪がゼロのときの回復力は、室温で引っ張り変形した後そのまま両端を固定して逆変態温度以上に加熱し、その後再び室温に戻したときの発生応力を意味する。また、回復歪が例えば2%のときの回復力は、歪が2%回復した後に両端を固定して測定した発生応力を意味するものである。室温で与えた初期の歪は4～6%で試験を行った。なお、その際用いた試験片は、第1図の結果を得るのに用いたものと同一の試料を用いた。なお、図2において、横軸の回復歪みは、実用例で言えば、パイプの締結部品に使用した場合には、パイプと締結部品（形状記憶合金）との許容されるクリーアランスの程度を直径に対する割合（%）で表したものと対応する。この形状回復力は圧延率が高いところで著しく向上している。室温での圧延率が20～30%ではその回復歪みが0%のところでは310MPa、2%の回復歪みでも200MPaの回復力が得られる。また、10%の圧延率の場合でも、トレーニングした場合と全く同じの形状回復力が得られることが分かった。すなわち、この図の結果から圧延率0%、圧延率10%に比し、高圧延率（20%、30%）の場合は形状回復力が著しい増大がみられることが理解される。なお、図2には比較のため、NbC無添加の溶体化試料及び5回トレーニングした試料の形状回復力を示したが、その回復力は本発明の態様によるものに比較してかなり小さいことが分かった。

【0015】

以上述べたように、本発明は、Nb、Cを添加してなる特定の組成を有するFe-Mn-Si系形状記憶合金に対して、時効処理に先立って行われる加工処理を、特定の加工率の範囲であれば、室温で加工処理することによって可能とすることに始めて成功したものである。その技術的意義は、その前提とする従来技術においては、煩雑な操作を伴うトレーニングや、先行技術における500～800℃の高温加工処理を要する場合と比較すると両者の構成の差は歴然としており、明らかである。すなわち、本発明は、特定の合金組成、室温における加工度、時効条件を一定の範囲に設定し、組み合わせることによって、はじめて大幅に形状記憶特性を改善することに成功したものである。その操作は、室温加工と時効という極めてありふれた加工熱処理により、トレーニング処理を施した試料と同等の形状回復率を示し、かつ形状回復力についてはトレーニング処理を施した試料よりも著しく大きな回復力が得られるものであり、いずれにしてもその意義は極めて大であり、例えば、小は水道管の締結から、大はオイルパイプの締結のいたるまであらゆる用途の締結部材として使用、利用でき、その経済的効果は計り知れない。

勿論これらに例示した締結部材としての用途は、その単なる態様の一端を紹介したにすぎず、本発明は係る用途、分野に限定されるものではないし、本発明を機に今後各種分野において、多様な用途等に、実用に供されることが期待される。

【0016】

【発明の効果】

本発明は、Nb、Cを添加してなる特定の組成を有するFe-Mn-Si系形状記憶合金に対して、これを加工熱処理する手段としては、従前においては時効に先立って行われる加工処理がトレーニングによって、あるいはまた、先行技術においては、時効処理に先立って行われる加工処理が500～800℃の温度範囲で行われていたところ、本発明においては、時効処理に先立って行われる加工処理を特定の加工率の範囲であれば、高温によらずとも、すなわち室温で加工処理することにより可能とすることに成功したものである。

その技術的意義は、その前提とする従来技術、先行技術の構成と比較すると被
我の差は明らかであり、極めて大きな違いがあること歴然としている。すなわち
、本発明は、特定の合金組成、室温における加工度、時効条件を一定の範囲に設
定し、組み合わせることによって、はじめて大幅に形状記憶特性を改善すること
に成功したものである。その操作は、室温加工と時効という極めてありふれた加
工熱処理により、トレーニング処理を施した試料と同等の形状回復率を示し、か
つ形状回復力についてはトレーニング処理を施した試料よりも著しく大きな回復
力が得られるものであり、いずれにしても本発明は、これを機に今後各種分野に
おいて、さらに一段と実用化に向けて加速されることが期待される。

【図面の簡単な説明】

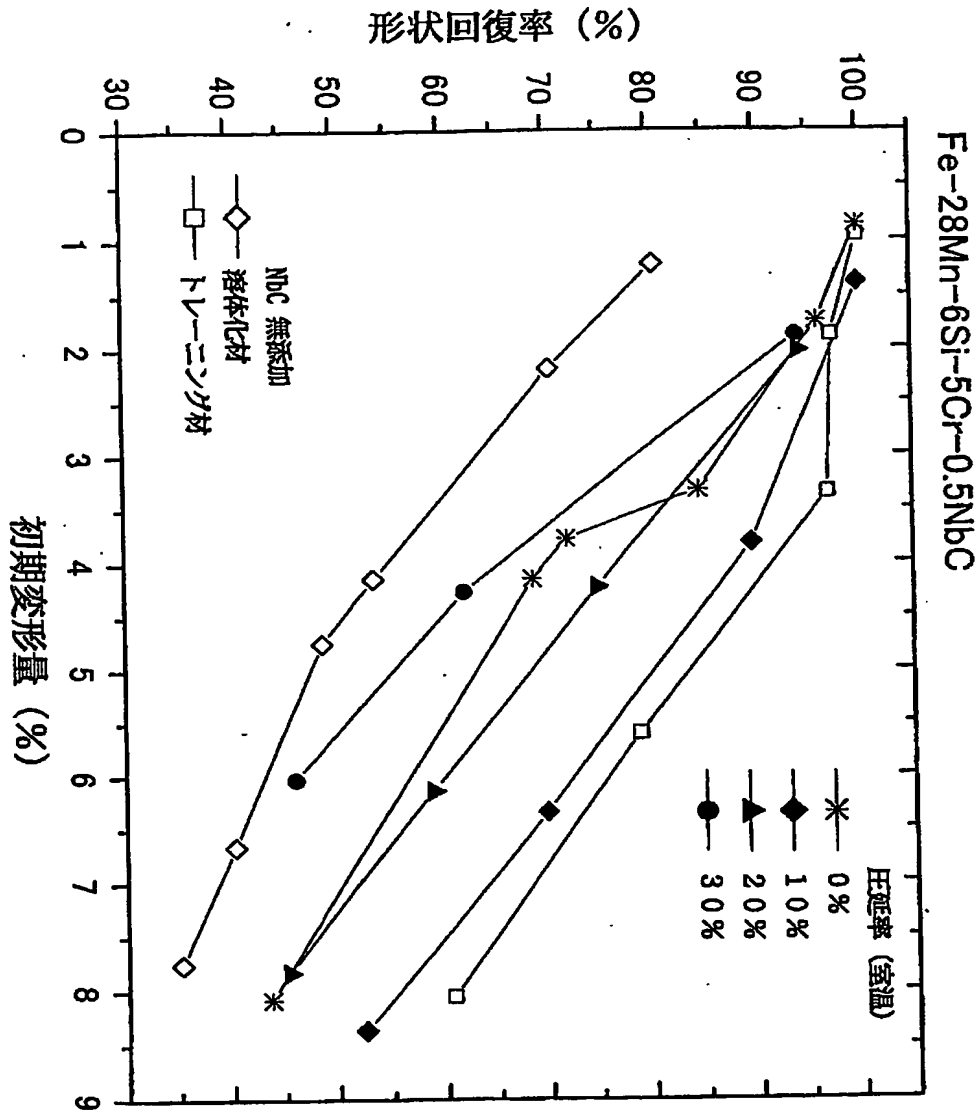
【図1】は、本発明のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱
処理による形状回復率と初期変形量との関係を示した図。

【図2】は、本発明のNbC添加Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱
処理による形状回復力と回復歪みの関係を示した図。

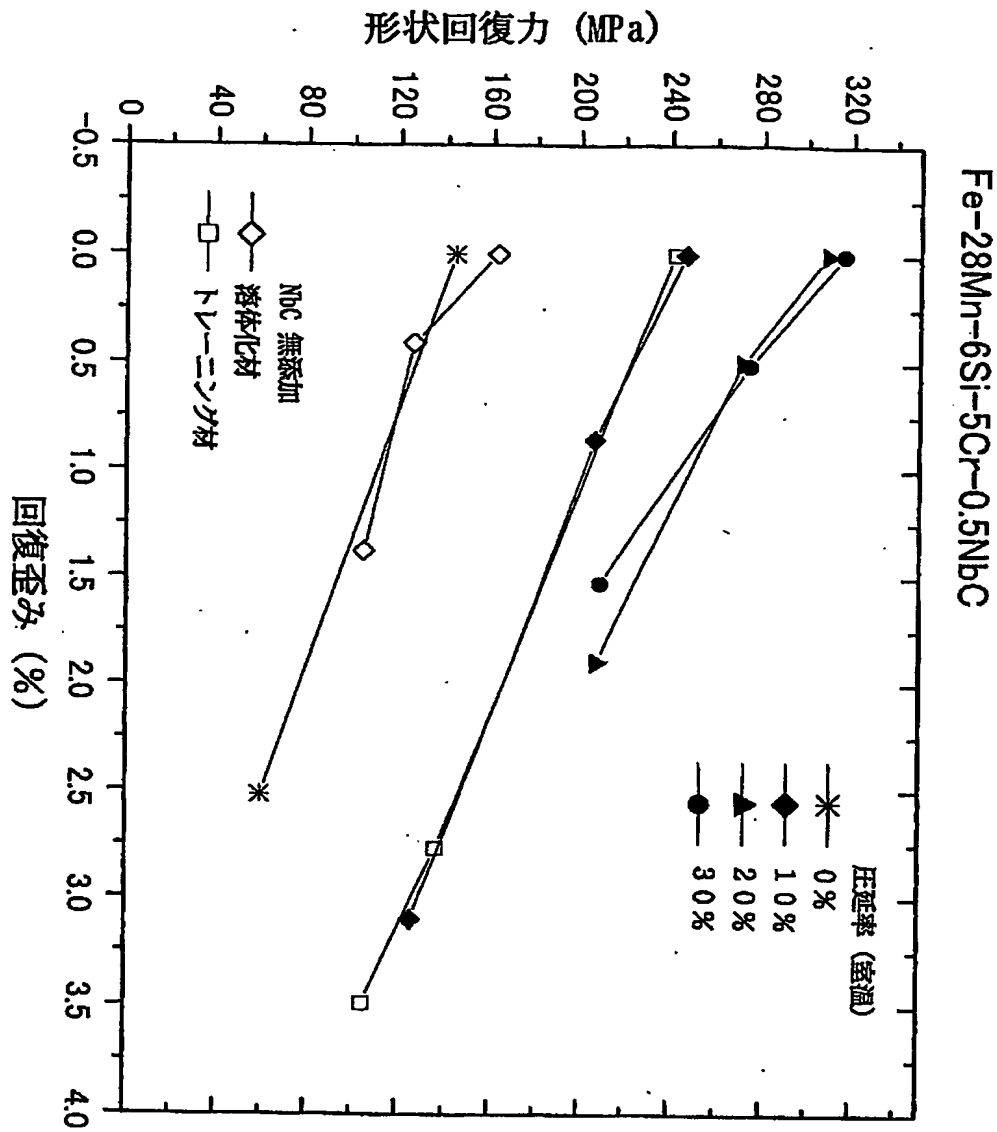
【書類名】

図面

【図 1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 Fe-Mn-Si系形状記憶合金の加工熱処理方法において、従来のようにトレーニング処理やこれに代わる高温処理によることなく、室温での加工処理と時効処理という基本的な処理だけによって形状記憶特性を発現しようというものである。

【解決手段】 Nb、Cを添加してなるFe-Mn-Si系形状記憶合金を室温で5～40%加工し、次いで所定温度で加熱してNbCを析出させる時効処理を行う。

【選択図】 図2

特願 2 0 0 2 - 3 6 7 0 6 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [3 0 1 0 2 3 2 3 8]

1. 変更年月日	2 0 0 1 年 4 月 2 日
[変更理由]	新規登録
住 所	茨城県つくば市千現一丁目 2 番 1 号
氏 名	独立行政法人物質・材料研究機構